

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 06-191846

(43)Date of publication of application : 12.07.1994

(51)Int.Cl.

C01G 15/00  
C04B 35/00

(21)Application number : 04-345876

(71)Applicant : TOSOH CORP

(22)Date of filing : 25.12.1992

(72)Inventor : KUMA KIMITAKA  
UEMA TSUTOMU  
OGAWA NOBUHIRO  
MORI TAKASHI

## (54) INDIUM OXIDE POWDER, ITS PRODUCTION AND PRODUCTION OF ITO SINTERED COMPACT

## (57)Abstract:

**PURPOSE:** To obtain  $\text{In}_2\text{O}_3$  powder capable of producing a high density ITO sintered compact by calcining  $\text{In}(\text{OH})_2$  obtained by prescribing the mixing speed of an In salt aq. solution with an alkali aq. solution.

**CONSTITUTION:** When the In salt aq. solution of 60–100° C is mixed with the alkali aq. solution so as to be 3–5 OH/In ratio,  $\text{In}_2\text{O}_3$  powder is obtained (A) by mixing at the rate of  $\geq 0.15$  OH/In per minute at the time of supplying the alkali aq. solution to the In salt aq. solution, (B) by mixing at the rate of  $\geq 0.01$  In/OH per minute at the time of supplying the In salt aq. solution to the alkali aq. solution and (C) by mixing by continuously supplying the In salt aq. solution and the alkali aq. solution and next, cleaning, filtering, drying and calcining the obtained  $\text{In}(\text{OH})_2$ . The  $\text{In}_2\text{O}_3$  powder has 15–30 $\text{m}^2/\text{g}$  BET specific surface area, the ratio of BET diameter to crystallite diameter of  $\leq 2$  and  $\leq 0.1\mu\text{m}$  average particle diameter of the primary particle determined by particle size distribution measurement or 0.03–0.1 $\mu\text{m}$  by electron microscope observation.

## LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 24.12.1999

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number] 3324164

[Date of registration] 05.07.2002

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(19)日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号

特開平6-191846

(43)公開日 平成6年(1994)7月12日

| (51)Int.Cl. <sup>5</sup> | 識別記号 | 庁内整理番号  | F I | 技術表示箇所 |
|--------------------------|------|---------|-----|--------|
| C 0 1 G 15/00            | B    |         |     |        |
| C 0 4 B 35/00            | J    | 8924-4G |     |        |
|                          | R    | 8924-4G |     |        |

審査請求 未請求 請求項の数3(全 6 頁)

(21)出願番号 特願平4-345876

(22)出願日 平成4年(1992)12月25日

(71)出願人 000003300

東ソー株式会社

山口県新南陽市開成町4560番地

(72)発明者 隈 公貴

山口県新南陽市宮の前2丁目6番10号

(72)発明者 上間 力

山口県新南陽市宮の前2丁目3番35号

(72)発明者 小川 展弘

山口県徳山市城ヶ丘2丁目10番10号

(72)発明者 毛利 隆

山口県光市虹ヶ浜2丁目9番27号

(54)【発明の名称】 酸化インジウム粉末及びその製造方法並びにITO焼結体の製造方法

(57)【要約】

【目的】

【構成】 BET比表面積： $15\sim30\text{ m}^2/\text{g}$ 、  
BET径／結晶子径 $\leq 2$ 、粒度分布測定による一次粒子  
平均粒子径が $0.1\text{ }\mu\text{m}$ 以下、又は電子顕微鏡観察によ  
る一次粒子平均粒子径が $0.03\sim0.1\text{ }\mu\text{m}$ である $\text{In}_2\text{O}_3$ 粉末、及びこの粉末を混合速度を規定したインジ  
ウム塩水溶液とアルカリ水溶液とから得られる $\text{In}(\text{OH})_3$ を仮焼して得る方法。

【効果】 微細で高分散な $\text{In}_2\text{O}_3$ 粉末であり、こ  
れをITO焼結体原料とすると、高密度( $6.0\text{ g}/\text{cm}^3$ 以上)な焼結体を製造可能である。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 BET比表面積が $15\text{ m}^2/\text{g}$ 以上 $30\text{ m}^2/\text{g}$ 以下、BET径と結晶子径の比が2以下であって、粒度分布測定により求めた一次粒子の平均粒子径が $0.1\text{ }\mu\text{m}$ 以下、又は電子顕微鏡観察により求めた一次粒子の平均粒子径が $0.03\text{ }\mu\text{m}$ 以上 $0.1\text{ }\mu\text{m}$ 以下である酸化インジウム粉末。

【請求項2】 温度が $60^\circ\text{C}$ 以上 $100^\circ\text{C}$ 以下のインジウム塩水溶液とアルカリ水溶液を $[\text{OH}]/[\text{In}]$ 比が3～5の範囲になるように混合する際、(A)インジウム塩水溶液にアルカリ水溶液を供給する場合、混合速度として、

$[\text{OH}]/[\text{In}]$ を毎分0.15以上の速度で混合、

(B)アルカリ水溶液にインジウム塩水溶液を供給する場合、混合速度として、

$[\text{In}]/[\text{OH}]$ を毎分0.01以上の速度で混合、

(C)アルカリ水溶液とインジウム塩水溶液とを連続的に供給して混合、した後、得られた水酸化インジウムを洗浄、濾過、乾燥、仮焼して製造することを特徴とする酸化インジウム粉末の製造方法。

【請求項3】 請求項1記載の酸化インジウム粉末に酸化錫粉末を混合し、成型、焼結することを特徴とする焼結密度 $6.0\text{ g}/\text{cm}^3$ 以上のITO焼結体の製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は、酸化インジウム粉末及びその製造方法並びにそれを用いたITO焼結体の製造方法に関するものである。

## 【0002】

【従来の技術】 液晶を中心とする表示デバイスの発展に伴い透明導電膜の需要が増加しているなか、液晶の透明導電膜は低抵抗、高透明性という点でITO（酸化インジウム、酸化錫）膜が広く用いられている。ITO透明導電膜の形成方法としては操作性の簡便さという点からスパッタリング法が一般的であり、ITO焼結体ターゲットを用いたスパッタリング法が広く適用されている。特に最近では液晶のカラー化、素子の微細化、アクティブマトリックス方式の採用に伴い、高性能なITO透明導電膜をより低温で成膜することが要求されている。

【0003】 これまでに高密度なITO焼結体ターゲットから高性能な透明導電膜が低温で得られることが見出されており、現在、ITO焼結体ターゲットの高密度化が要求されている。

【0004】 通常、ITO焼結体は、酸化インジウム粉末と酸化錫粉末の混合粉末（ITO粉末）を加圧成型後、焼結して製造されている。

【0005】 このようなITO焼結体の原料として用いる酸化インジウム粉末、酸化錫粉末又はITO粉末の製造方法としては、各々金属水酸化物、有機金属塩、無機金属塩やゾル、ゲル等を熱分解して製造する方法、イン

ジウムと錫の均一混合溶液に沈殿形成剤を添加して共沈させた生成物（例えば、特開昭62-7627、特開昭60-186416号公報等）、又は加水分解により生成した生成物（例えば、特開昭58-36925号公報等）を加熱分解して製造する方法等が知られている。

【0006】 しかしこのような方法で得られた原料粉末からは高密度な焼結体を得ることは難しく、ITO焼結体の多くは焼結体の密度が理論密度（ $7.15\text{ g}/\text{cm}^3$ ）の65%程度の低密度のもの（ $\sim 4.65\text{ g}/\text{cm}^3$ ）であった。

【0007】 このような密度の低いITO焼結体は、導電性が悪く、熱伝導性、抗折力が低いため、これをスパッタリングターゲットとして使用した場合、導電性、光透過性に優れた高性能なITO膜の成膜が極めて困難であったばかりか、ターゲット表面の還元によるノジュールの発生、成膜速度が遅い等スパッタ操作性が悪いという問題点を有していた。

【0008】 このような問題点を解決するために、高密度ITO焼結体の製造方法について幾つかの提案がある。例えば、酸化インジウム粉末を仮焼し、平均粒径が $3\sim 6\text{ }\mu\text{m}$ の粉末を用いる方法が提案されているが（例えば、特開昭62-21751号公報等）、このような比較的大粒径の原料粉末によって得られるITO焼結体は、密度が70%（ $5\text{ g}/\text{cm}^3$ ）程度が限界であり、十分に高密度とはいえない。

【0009】 また、一部ではホットプレス焼結や酸素中加圧焼結のような特殊な方法で高密度な焼結体が作られていた。しかし、ホットプレス焼結は製造設備に多大な費用がかかり、得られた焼結体が還元されているため性能の良い透明導電膜は得られなかった。一方酸素中加圧焼結では、ホットプレス同様に製造設備に費用がかかる上、 $1600^\circ\text{C}$ 以上の高温で焼結するため、焼結体が異常粒成長を起こし易く、ターゲットの熱衝撃耐性が低く割れ易いという問題を有していた。

## 【0010】

【発明が解決しようとする課題】 本発明者らは、従来よりも更に高密度、すなわち焼結密度が $6.0\text{ g}/\text{cm}^3$ 以上の高密度ITO焼結体が製造可能な酸化インジウム粉末及びその製造方法を提案するものである。

## 【0011】

【課題を解決するための手段】 本発明者等は、高密度ITO焼結体を製造する際の原料粉末に関し鋭意検討した結果、ITO焼結体の密度は酸化インジウム粉末の物性に依存し、更に、酸化インジウム粉末の物性は、前駆体である水酸化インジウムの晶析条件に影響されることを見出し本発明を完成するに至った。

【0012】 即ち、本発明は、酸化インジウム粉末と酸化錫粉末を混合し、成型、焼結することによる密度が $6.0\text{ g}/\text{cm}^3$ 以上の高密度ITO焼結体の製造方法、及びそのような高密度ITO焼結体の製造に用い

る、BET比表面積が $15 \sim 30 \text{ m}^2/\text{g}$ 、BET径と結晶子径の比が2以下であって、粒度分布測定により求めた一次粒子の平均粒子径が $0.1 \mu\text{m}$ 以下、又は電子顕微鏡観察により求めた一次粒子の平均粒子径が $0.03 \mu\text{m} \sim 0.1 \mu\text{m}$ である酸化インジウム粉末、更には温度が $60^\circ\text{C}$ 以上 $100^\circ\text{C}$ 以下のインジウム塩水溶液とアルカリ水溶液を $[\text{OH}]/[\text{In}]$ 比が3~5の範囲になるように混合する際、(A)インジウム塩水溶液にアルカリ水溶液を供給する場合、混合速度として、 $[\text{OH}]/[\text{In}]$ を毎分0.15以上の速度で混合、

(B)アルカリ水溶液にインジウム塩水溶液を供給する場合、混合速度として、 $[\text{In}]/[\text{OH}]$ を毎分0.01以上の速度で混合、(C)アルカリ水溶液とインジウム塩水溶液とを連続的に供給して混合、した後、得られた水酸化インジウムを洗浄、濾過、乾燥、仮焼して製造することを特徴とする酸化インジウム粉末の製造方法に関するものである。

【0013】以下、本発明を詳細に説明する。

【0014】本発明の酸化インジウム粉末は、BET比表面積が $15 \text{ m}^2/\text{g}$ 以上 $30 \text{ m}^2/\text{g}$ 以下であることが必要である。BET比表面積が $15 \text{ m}^2/\text{g}$ 未満の場合、粒子が凝集しているか又は一次粒径が本発明の範囲外の粉末であり、高密度なITO焼結体を得ることはできない。また、BET比表面積が $30 \text{ m}^2/\text{g}$ を越える粉末は、一次粒子が多孔質であるか、又は粒子が微細すぎて、高密度な焼結体を得ることは困難である。

【0015】本発明の酸化インジウム粉末は、BET径と結晶子径の比(BET径/結晶子径)が2以下であることが必要であり、特に1.5以下が好ましい。BET径と結晶子径の比の下限は約1であり、この時一次粒子は単結晶に近い状態と考えることができる。結晶子径は200~600オングストロームの範囲が好ましく、BET径は300~700オングストロームの範囲が好ましい。BET径と結晶子径の比が2を越えると、一次粒子の凝集状態が強い状態であり、高密度な焼結体を与えることは困難である。

【0016】なお結晶子の大きさは、酸化インジウムのX線回折測定による(222)の回折ピークの半値幅から求めることができる。また、BET径は、粉末のBET比表面積を測定し、粒子を球に近似して求めた値である。

【0017】更に本発明の酸化インジウム粉末は、粒度分布測定により求められる一次粒子の平均結晶子径が、 $0.1 \mu\text{m}$ 以下、又は電子顕微鏡により観察される一次粒子の平均結晶子径が、 $0.03 \mu\text{m}$ 以上 $0.1 \mu\text{m}$ 以下であることが必要である。一次粒子の平均粒径が $0.03 \mu\text{m}$ 未満であると、一次粒子が多孔質であるか、又は粒子が微細すぎて高密度の焼結体を与えることは困難であり、一方、 $0.1 \mu\text{m}$ を越えると、一次粒子は成長しているか又は凝集しており、高密度の焼結体を与える

ことは困難である。

・【0018】粒度分布測定による一次粒子の平均粒子径は、以下のように求められる。即ち、粒子を水溶液中で十分に分散処理を行い(例えば、少量の分散剤を添加し、超音波で1時間以上分散)、 $0.12 \mu\text{m}$ 以下の粒度分布測定により平均粒子径を求める。なお、同一の分散処理を施した粒度分布測定により、二次粒子の平均粒径も求めることができるが、平均粒径は $1 \mu\text{m}$ 以下の微細な粒子である。

10 【0019】電子顕微鏡による一次粒子の観察は、従来の粉末観察と同様な方法で10万倍から30万倍の倍率で可能である。特に粒子サイズ、形状を観察する場合、透過型の電子顕微鏡を用いることが好ましい。

【0020】次に本発明の酸化インジウム粉末を与える製造法につき説明する。

【0021】本発明の酸化インジウム粉末は、混合速度を規定したインジウム塩水溶液とアルカリ水溶液とから得られる水酸化インジウムを洗浄、濾過、乾燥、仮焼することにより製造される。

20 【0022】本発明に用いるインジウム塩水溶液は特に限定されず、硝酸インジウム水溶液、硫酸インジウム水溶液等が使用可能である。インジウム塩水溶液の濃度は $0.01 \sim 5 \text{ mol/l}$ 、特に好ましくは $0.3 \sim 2.0 \text{ mol/l}$ の範囲である。インジウム塩水溶液の濃度が $0.1 \text{ mol/l}$ 未満では、生産性が悪くなり好ましくない。本発明の方法ではこのような濃厚溶液が使用できることが従来の微細粒子を製造する方法とは大きく異なる。

30 【0023】本発明に用いるアルカリ水溶液としては、水酸化ナトリウム、水酸化カリウム、尿素、アンモニア等の水溶液を使用することが可能であるが、水酸化インジウムに金属イオンの残存をなくすという点で、尿素、アンモニアの水溶液等が特に好ましい。アルカリ水溶液の濃度は特に限定されない。

【0024】アルカリ水溶液の量は、混合溶液のpHが7以上となる量であれば特に問題はなく、インジウム塩水溶液中のインジウムイオンに対して水酸化物イオンの量がモル比で3~5となる量が目安となる。

40 【0025】次にインジウム塩水溶液とアルカリ水溶液の混合方法について述べる。

【0026】混合方法としては、インジウム塩水溶液へアルカリ水溶液を供給する方法、アルカリ水溶液へインジウム塩水溶液を供給する方法、インジウム塩水溶液とアルカリ水溶液を反応槽へ連続的に供給する方法等が例示されるが、特に限定されない。

50 【0027】なお、本発明の混合速度は以下のように定義される。すなわち、インジウム塩水溶液へアルカリ水溶液を供給する場合の混合速度は、反応槽内のインジウムイオンの全量に対し、1分間あたりに供給される水酸化物イオンの量と定義され、また、アルカリ水溶液へイ

ンジウム塩水溶液を供給する場合は、反応槽内の水酸化物イオンの全量に対し、1分間あたりに供給されるインジウムイオンの量である。

【0028】混合速度は、インジウム塩水溶液にアルカリ水溶液を供給する場合、 $[\text{OH}]/[\text{In}]$ が毎分0.15以上、特に好ましくは毎分0.5以上であり、上限は毎分300程度である。また、アルカリ水溶液にインジウム塩水溶液を供給する場合、 $[\text{In}]/[\text{OH}]$ が毎分0.01以上、特に好ましくは毎分0.3以上であり、上限は毎分20程度である。アルカリ水溶液とインジウム塩水溶液とを連続的に供給する場合、混合速度は特に限定されない、晶析時の温度は60℃以上100℃以下であることが好ましく、特に好ましくは70℃以上95℃以下の範囲である。晶析時の温度が60℃未満の場合、水酸化インジウムが微細すぎるため、仮焼時に凝集して微細で焼結性に優れた酸化インジウム粉末が得られないために好ましくない。また、晶析時の温度が100℃を越える場合、インジウム塩水溶液が加水分解し、粒径の大きい水酸化インジウム粉末が混在するようになるために好ましくない。

【0029】なお、晶析中は溶液を攪拌しながら実施するのが一般的である。更に晶析が終了した後、数十分～数時間攪拌を継続しスラリーを混合、均一化してもなら差し支えない。

【0030】次に、上述の方法で得られた水酸化インジウムスラリーを洗浄後固液分離する。固液分離の方法は特に限定されず、ヌッチェ、ドラムフィルター、フィルタープレス、ベルトフィルター等が例示される。

【0031】更に、水酸化インジウムを乾燥する。

【0032】乾燥温度は90～260℃の範囲が好ましい。乾燥温度が90℃未満では乾燥効率が悪くなるために好ましくなく、また、260℃を越えると水酸化インジウムの一部が酸化物となるため粉末が不均一となるために好ましくないことがある。乾燥後の水酸化インジウムは解砕し、分散性を向上させることが好ましい。しかし、この解砕は軽いものでよく、従来のような強固な粉砕は必要ない。解砕方法は特に限定されず、自動乳鉢やハンマーミル等で行なえばよい。

【0033】上述の方法で水酸化インジウム粉末が得られ、本発明の酸化インジウム粉末はこの水酸化インジウム粉末を仮焼して製造する。

【0034】仮焼温度は500～900℃が好ましく、特に好ましくは550～850℃の範囲である。仮焼温度が500℃未満の場合、成型体の密度が低くなり高密度なITO焼結体が得られなかったり、また、仮焼温度が900℃を越える場合、酸化インジウム粉末の焼結が進み、粉末の焼結性が低下して高密度なITO焼結体が得られないことがある。また、仮焼時間は1～10時間程度で十分である。

【0035】このようにして本発明の酸化インジウム粉

末が得られる。

【0036】以下に、本発明の酸化インジウム粉末を用いた高密度ITO焼結体の製造方法の実施態様について説明する。

【0037】ITO焼結体の製造に用いるITO粉末は、本発明の酸化インジウム粉末と酸化錫粉末を混合することによって調製される。

【0038】酸化インジウム粉末に対する酸化錫の含有量は3～15重量%であることが好ましい。酸化錫の物性としては特に限定されない。

【0039】酸化インジウム粉末と酸化錫粉末の混合方法は特に限定されず、ジルコニア、ウレタン樹脂等のボールを用いたボールミル、振動ミル、或いはV型ブレンダー、らいかい機等の湿式或いは乾式の混合方法が例示される。

【0040】次にITO粉末を成型する。成型方法は、目的とした形状に合った成型方法を選べばよく、金型成型法、鋳込み成型法等が挙げられるが特に限定されない。

【0041】焼結体の高密度化のために、成型体は冷間静水圧プレスにて加圧処理することが好ましい。その時の圧力は3～5t/cm<sup>2</sup>程度でよく、必要に応じて処理を2～5回繰り返してもよい。

【0042】得られた成型体は1250～1600℃、特に好ましくは1350～1500℃の温度で焼結する。焼結温度が1250℃未満の場合、密度が6.0g/cm<sup>3</sup>未満のITO焼結体が得られたり、また、焼結体温度が1600℃を越える場合、酸化錫の蒸発や焼結体粒子の異常な成長が生じるために好ましくない。焼結時間は数時間～数十時間で十分である。焼結雰囲気は特に限定されず、大気中、酸素中、不活性ガス中等で行えばよい。

【0043】本発明の方法により、密度6.0g/cm<sup>3</sup>以上、さらに好ましくは6.4g/cm<sup>3</sup>以上のITO焼結体を得ることができる。

【0044】本発明の方法により得られたITO焼結体は、以下の様な特性を具備する。焼結体の焼結粒径は1μm以上20μm以下であり、焼結体の比抵抗は7.0×10<sup>4</sup>Ω・cm以下である。抗折力は、10kg/m<sup>2</sup>以上を達成することができる。この様な焼結体は、スパッタリングターゲット材として用いた場合、成膜速度が速く、スパッタ成膜中、安定な放電が可能であり、ターゲット表面に生成する黒色のノジュール発生が抑制され、更には低温成膜性に優れている。

【0045】

【発明の効果】本発明の酸化インジウム粉末は、微細で高分散な粉末であり、該酸化インジウム粉末をITO焼結体の原料粉末として使用すれば、常圧焼結で高密度ITO焼結体を製造することが可能であり、このような高密度ITO焼結体をスパッタリングターゲットとして使

用すれば優れたスパッタリング特性を有するものとなる【0046】。

【実施例】以下、実施例により本発明を更に具体的に説明するが、本発明はこれに限定されるものではない。

#### 【0047】実施例1

温度85℃の0.5mol/l硝酸インジウム水溶液に、[OH]/[In]比が4となる量の10重量%アンモニア水を混合速度[OH]/[In]が毎分0.8で混合し、スラリーをろ過、洗浄、乾燥して水酸化インジウム粉末を製造した。

【0048】このようにして得られた水酸化インジウム粉末を750℃で4時間仮焼し、酸化インジウム粉末を製造した。酸化インジウム粉末のBET比表面積は22m<sup>2</sup>/gであり、X線回折による結晶子径は400オングストローム、粒度分布測定より求めた一次粒径は0.08μmであった(BET径/結晶子径=1.13)。

この酸化インジウム粉末と酸化錫粉末を酸化錫含有量が10重量%となるように混合し、1.5ton/cm<sup>2</sup>の圧力で金型成型し、更に冷間静水圧プレスで3ton/cm<sup>2</sup>の圧力で処理した後、常圧大気中で1400℃で5時間焼結した。焼結体の直径は100mmφであり、得られた焼結体の密度は理論密度の93%、6.7g/cm<sup>3</sup>であった。

#### 【0049】実施例2

温度85℃の0.5mol/l硝酸インジウム水溶液に、[OH]/[In]比が4となる量の10重量%アンモニア水を混合速度[OH]/[In]が毎分0.2で混合し、スラリーをろ過、洗浄、乾燥して水酸化インジウム粉末を製造した。

【0050】このようにして得られた水酸化インジウム粉末を650℃で4時間仮焼し、酸化インジウム粉末を製造した。酸化インジウム粉末のBET比表面積は29m<sup>2</sup>/gであり、X線回折による結晶子径は270オングストローム、粒度分布測定より求めた一次粒径は0.07μmであった(BET径/結晶子径=1.07)。

この酸化インジウム粉末と酸化錫粉末を酸化錫含有量が10重量%となるように混合し、実施例1と同様の方法で成型、焼結した。焼結体の直径は100mmφであり、焼結体密度は93%、6.7g/cm<sup>3</sup>であった。

#### 【0051】実施例3

温度85℃の0.6mol/l硝酸インジウム水溶液に、[OH]/[In]比が3.5となる量の10重量%アンモニア水を混合速度[OH]/[In]が毎分1.0で混合し、スラリーをろ過、洗浄、乾燥して水酸化インジウム粉末を製造した。

【0052】このようにして得られた水酸化インジウム粉末を750℃で4時間仮焼し、酸化インジウム粉末を製造した。酸化インジウム粉末のBET比表面積は22m<sup>2</sup>/gであり、X線回折による結晶子径は400オングストローム、粒度分布測定より求めた一次粒径は0.

08μmであった(BET径/結晶子径=1.13)。

この酸化インジウム粉末と酸化錫粉末を酸化錫含有量が10重量%となるように混合し、実施例1と同様の方法で成型、焼結した。焼結体の直径は100mmφであり、焼結体密度は98%、7.0g/cm<sup>3</sup>であった。

#### 【0053】実施例4

温度85℃の1.5mol/l硝酸インジウム水溶液に、[OH]/[In]比が4となる量の10重量%アンモニア水を混合速度[OH]/[In]が毎分0.8で混合し、スラリーをろ過、洗浄、乾燥して水酸化インジウム粉末を製造した。

【0054】このようにして得られた水酸化インジウム粉末を750℃で4時間仮焼し、酸化インジウム粉末を製造した。酸化インジウム粉末のBET比表面積は22m<sup>2</sup>/gであり、X線回折による結晶子径は450オングストローム、粒度分布測定より求めた一次粒径は0.08μmであった(BET径/結晶子径=1.01)。

この酸化インジウム粉末と酸化錫粉末を酸化錫含有量が10重量%となるように混合し、実施例1と同様の方法で成型、焼結した。焼結体の直径は100mmφであり、焼結体密度は93%、6.7g/cm<sup>3</sup>であった。

#### 【0055】実施例5

温度60℃の0.4mol/l硝酸インジウム水溶液に、[OH]/[In]比が4となる量の10重量%アンモニア水を混合速度[OH]/[In]が毎分0.8で混合し、スラリーをろ過、洗浄、乾燥して水酸化インジウム粉末を製造した。

【0056】このようにして得られた水酸化インジウム粉末を750℃で4時間仮焼し、酸化インジウム粉末を製造した。酸化インジウム粉末のBET比表面積は21m<sup>2</sup>/gであり、X線回折による結晶子径は400オングストローム、粒度分布測定より求めた一次粒径は0.09μmであった(BET径/結晶子径=1.14)。

この酸化インジウム粉末と酸化錫粉末を酸化錫含有量が10重量%となるように混合し、実施例1と同様の方法で成型、焼結した。焼結体の直径は100mmφであり、焼結体密度は93%、6.7g/cm<sup>3</sup>であった。

#### 【0057】実施例6

温度95℃の0.8mol/l硝酸インジウム水溶液に、[OH]/[In]比が4となる量の10重量%アンモニア水を混合速度[OH]/[In]が毎分0.8で混合し、スラリーをろ過、洗浄、乾燥して水酸化インジウム粉末を製造した。

【0058】このようにして得られた水酸化インジウム粉末を750℃で4時間仮焼し、酸化インジウム粉末を製造した。酸化インジウム粉末のBET比表面積は21m<sup>2</sup>/gであり、X線回折による結晶子径は450オングストローム、粒度分布測定より求めた一次粒径は0.09μmであった(BET径/結晶子径=1.01)。

この酸化インジウム粉末と酸化錫粉末を酸化錫含有量

が10重量%となるように混合し、実施例1と同様の方法で成型、焼結した。焼結体の直径は100mmφであり、焼結体密度は92%、 $6.6 \text{ g/cm}^3$ であった。

#### 【0059】実施例7

実施例1と同様の方法で酸化インジウム粉末を製造した。

【0060】この酸化インジウム粉末と酸化錫粉末を酸化錫含有量が10重量%となるように混合し、実施例1と同様な方法で成型した後、常圧大気中で1550℃で5時間焼結した。焼結体の直径は100mmφであり、  
10 焼結体密度は98%、 $7.0 \text{ g/cm}^3$ であった。

#### 【0061】実施例8

温度85℃の0.6mol/l硝酸インジウム水溶液と[OH]/[In]比が4となる量の10重量%アンモニア水を連続的に反応槽に添加し、スラリーをろ過、洗浄、乾燥して水酸化インジウム粉末を製造した。

【0062】このようにして得られた水酸化インジウム粉末を750℃で4時間仮焼し、酸化インジウム粉末を製造した。酸化インジウム粉末のBET比表面積は22  
20  $\text{m}^2/\text{g}$ であり、X線回折による結晶子径は400オングストローム、粒度分布測定より求めた一次粒径は0.08 $\mu\text{m}$ であった(BET径/結晶子径=1.13)。

この酸化インジウム粉末と酸化錫粉末を酸化錫含有量が10重量%となるように混合し、実施例1と同様の方法で成型、焼結した。焼結体の直径は100mmφであり、得られた焼結体の密度は理論密度の94%、 $6.7 \text{ g/cm}^3$ であった。

#### 【0063】実施例9

10重量%のアンモニア水に、[OH]/[In]比が4となる量の温度85℃の0.5mol/l硝酸インジウム水溶液を混合速度[In]/[OH]が毎分0.0  
30 2で混合し、スラリーをろ過、洗浄、乾燥して水酸化インジウム粉末を製造した。

【0064】このようにして得られた水酸化インジウム粉末を750℃で4時間仮焼し、酸化インジウム粉末を製造した。酸化インジウム粉末のBET比表面積は22  
 $\text{m}^2/\text{g}$ であり、X線回折による結晶子径は400オングストローム、粒度分布測定より求めた一次粒径は0.08 $\mu\text{m}$ であった(BET径/結晶子径=1.13)。

この酸化インジウム粉末と酸化錫粉末を酸化錫含有量が10重量%となるように混合し、実施例1と同様の方法で成型、焼結した。焼結体の直径は100mmφであり、得られた焼結体の密度は理論密度の94%、 $6.7 \text{ g/cm}^3$ であった。

#### 【0065】比較例1

温度85℃の0.5mol/l硝酸インジウム水溶液に、[OH]/[In]比が4となる量の10重量%アンモニア水を混合速度[OH]/[In]が毎分0.01で混合し、スラリーをろ過、洗浄、乾燥して水酸化インジウム粉末を製造した。

【0066】このようにして得られた水酸化インジウム粉末を750℃で4時間仮焼し、酸化インジウム粉末を製造した。酸化インジウム粉末のBET比表面積は14  
 $\text{m}^2/\text{g}$ であり、X線回折による結晶子径は400オングストローム、粒度分布測定より求めた一次粒径は0.12 $\mu\text{m}$ であった(BET径/結晶子径=1.78)。

この酸化インジウム粉末と酸化錫粉末を酸化錫含有量が10重量%となるように混合し、実施例1と同様な方法で成型、焼結した。焼結体の直径は100mmφであり、焼結体の密度は理論密度の80%、 $5.7 \text{ g/cm}^3$ であった。

#### 【0067】比較例2

温度30℃の0.5mol/l硝酸インジウム水溶液に、[OH]/[In]比が4となる量の10重量%アンモニア水を混合速度[OH]/[In]が毎分0.8で混合し、スラリーをろ過、洗浄、乾燥して水酸化インジウム粉末を製造このようにして得られた水酸化インジウム粉末を750℃で4時間仮焼し、酸化インジウム粉末を製造した。酸化インジウム粉末のBET比表面積は11  
 $\text{m}^2/\text{g}$ であり、X線回折による結晶子径は400オングストローム、粒度分布測定より求めた一次粒径は0.11 $\mu\text{m}$ であった(BET径/結晶子径=2.27)。

この酸化インジウム粉末と酸化錫粉末を酸化錫含有量が10重量%となるように混合し、実施例1と同様な方法で成型、焼結した。焼結体の直径は100mmφであり、焼結体密度は82%、 $5.8 \text{ g/cm}^3$ であった。

#### 【0068】